

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

This Page Blank (uspto)

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 75 39322

(54) Procédé pour la fabrication de poudres pour charges propulsives, en particulier de poudres contenant de la nitroguanidine.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). C 06 B 21/00, 25/24.

(33) (32) (31) (22) Date de dépôt 22 décembre 1975, à 15 h 35 mn.
Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée en République Fédérale d'Allemagne le 27 décembre 1974, n. P 24 61 646.4 au nom de la demanderesse.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 30 du 23-7-1976.

(71) Déposant : Société dite : DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT, résidant en République Fédérale d'Allemagne.

(72) Invention de :

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Alain Casalonga, 8, avenue Percier, 75008 Paris.

La présente invention concerne un procédé pour la fabrication de poudres pour charges propulsives, et en réalité de poudres pour charges propulsives avec dissolvant, à une ou plusieurs bases, en particulier des pou-
5 dres de nitroguanidine, à base de nitrocellulose ou de nitro-cellulose et de dinitrate de diéthylèneglycol ou de nitro-glycérine ainsi que de nitroguanidine, procédé dans lequel la masse brute avec dissolvant ou éventuellement hydratée , à base de nitrocellulose, ou de nitrocellulose et de dini-
10 trate de diéthylèneglycol ou de nitroglycérine est bien mé-
langée avec les autres constituants de la poudre pour charges propulsives, puis, si nécessaire, est déshydratée et travail-
lée avec le solvant, ensuite plastifiée et finalement est pressée en la forme finale de la poudre.

Il a déjà été proposé de fabriquer de la poudre pour charges propulsives à trois bases sans dissolvant, aussi appelée poudre Gudol, selon un procédé amélioré par le fait que l'on fait au prémélange d'une masse brute hy-
dratée de nitrocellulose et de dinitrate de diéthylèneglycol avec de la nitroguanidine et des produits d'addition, qu'on diminue la teneur en eau dans une première étape de séchage, puis qu'on homogénéise ce prémélange au moyen d'un dispositif de malaxage travaillant en continu, qu'on préplastifie et qu'ensuite, on diminue encore dans une seconde étape de séchage la teneur en eau de cette masse, à la suite de quoi la masse est plastifiée au moyen d'une extrudeuse travaillant en continu et transformée en granulés, puis l'humidité du granulé est réglée au taux d'humidité nécessaire à la mise en forme, et finalement le granulé est pressé en la forme finale de la poudre au moyen d'une extrudeuse travaillant en continu. Lors de ce procédé proposé antérieurement, l'addition des diffé-
rents constituants se faisait en continu par un dispositif de dosage annexé au dispositif de mélangeage et/ou de mala-
xage, où les constituants prémélangés pouvaient passer plu-
sieurs fois dans ce dispositif de malaxage. Aussi , il était possible d'envoyer plusieurs fois le granulé à travers l'ex-
trudeuse, pour atteindre une plastification continue, avant de procéder au filage finale du granulé en la forme finale de la poudre. Les avantages de ce procédé consistent en

5 premier lieu en ce que, contrairement aux procédés connus antérieurement pour la fabrication des poudres pour charges propulsives, on supprime le calandrage de plaques et la préparation de rouleaux de feuilles à travailler dans une presse à pot, opérations qui n' général ne pouvaient être réalisées qu'en utilisant manuellement des dispositifs propres à chaque cas et dans lesquels, à la suite d'un travail plus ou moins soigné des différences souvent importantes dans la qualité de la poudre pour charges propulsives obtenue
10 étaient inévitables, car par exemple le calandrage devait être réalisé en discontinu et aussi à cause d'un triage manuel coûteux des tubes de poudre qualitativement différents, filés ensuite à la presse, on ne pouvait pas fabriquer de poudre pour charges propulsives homogène surtout au point
15 de vue des propriétés balistiques internes. Tous ces inconvenients pouvaient être éliminés par la proposition antérieure mentionnée, se rapportant aux poudres sans dissolvant.

En s'occupant de ce procédé décrit en liaison avec les poudres Gudol, qui part d'une masse brute hydratée, la question fut posée en ce sens de savoir s'il serait possible de travailler des masses brutes avec dissolvant selon le procédé d'extrusion et s'il serait possible de fabriquer par exemple de cette manière des poudres pour charges propulsives avec une fraction élevée en nitroguanidine
25 par exemple 50 à 60 % et d'autres poudres avec dissolvant, par exemple des poudres à une base. La demanderesse a trouvé qu'on parvient effectivement avec une certaine variation des conditions du procédé à transformer sans difficulté en granulés aussi les additifs avec dissolvant pour les poudres pour charges propulsives et en réalité ceux ayant une fraction très élevée de nitroguanidine et aussi ceux qui ne contiennent pas ou contiennent seulement jusqu'à 5 % de nitroguanidine, puis à extruder finalement ces granulés dans une extrudeuse en la forme finale de la poudre.
30

35 Le procédé pour la fabrication des poudres pour charges propulsives à partir de mélanges avec dissolvant qui sont à base de nitrocellulose, ou de nitrocellulose et de dinitrate de diéthyléneglycol, ou de nitroglycérine, ainsi que de nitroguanidine et d'autres additifs, est caractérisé

par le fait que l'on mélange d'abord la masse brute à base de nitrocellulose avec dissolvant ou éventuellement hydratée avec les autres constituants de la poudre pour charges propulsives, puis, ou bien si nécessaire on sèche d'abord la masse et on incorpore ensuite le solvant et on homogénéise et préplastifie le prémélange des constituants contenant le solvant dans un dispositif de malaxage travaillant en continu, par exemple dans un malaxeur à disques, ou bien on homogénéise et préplastifie d'abord le prémélange des constituants hydratés dans un dispositif de malaxage travaillant en continu puis seulement on déhydrate la masse par séchage et on ajoute le solvant, on plastifie ensuite la masse contenant le solvant dans une extrudeuse travaillant en continu, on transforme cette masse en granulés et on extrude finalement ces granulés, en la forme finale de la poudre dans une extrudeuse travaillant en continu, et on fait évaporer le solvant.

En ce qui concerne le malaxeur à disques pris comme dispositif de malaxage travaillant en continu, les disques sont disposés excentriquement sur un axe en rotation horizontal et compriment la masse à travailler contre la paroi du cylindre enveloppant l'axe de rotation et les disques et provoquent de cette manière sa préplastification. Pour la plastification et la granulation ainsi que pour le pressage du granulé en la forme finale de la poudre, par exemple en des tubes d'environ 1 à 2 mm de diamètre intérieur et de 3 à 5 mm de diamètre extérieur, on peut utiliser des extrudeuses habituelles, par exemple des extrudeuses à deux vis avec les deux vis tournant dans le même sens.

L'avantage particulier du procédé décrit ci-dessus vient avant tout de ce que l'on peut transformer en continu le prémélange une fois fabriqué en la forme finale de la poudre et qu'on peut ainsi écarter toute influence manuelle sur la qualité de la poudre. Comme toutes les étapes essentielles du procédé peuvent être commandées automatiquement par des dispositifs de régulation appropriés, contrairement aux procédés utilisés jusqu'à présent, il faut beaucoup moins de personnel pour la réalisation du

procédé, puisque uniquement les dispositifs de régulation doivent être surveillés puisque disparaît le séjour permanent du personnel de service à proximité de l'installation et en même temps dans les zones immédiates de danger.

Bien entendu il est possible de faire traverser plusieurs fois par le pré-mélange aussi bien le dispositif de malaxage que l'extrudeuse pour la plastification de la masse et la fabrication du granulé ou de monter en sorte plusieurs de ces dispositifs de malaxage ou plusieurs extrudeuses que le pré-mélange traversera successivement. Ainsi, si on le désire et si c'est nécessaire, on peut obtenir une qualité encore plus homogène du produit final.

La présente invention est illustrée par l'exemple descriptif et non limitatif ci-dessous en référence au schéma de la conduite du procédé représenté sur la figure, où par exemple on fabrique des poudres pour charges propulsives de compositions suivantes :

1. 98,2 % en poids de nitrocellulose
 1,0 % en poids de diphenylamine comme stabilisant
 0,8 % en poids de sulfate de potassium.
 Cette poudre est ensuite encore traitée ultérieurement de manière connue en soi, avec 1,0 % en poids de phtalate de dibutyle ou de diéthyldiphénylurée en vue d'un colmatage et d'un durcissement ultérieur de la surface.
2. 72,2 % en poids de nitrocellulose
 21,7 % en poids de dinitrate de diéthylèneglycol
 4,6 % en poids de nitroguanidine
 0,8 % en poids de méthyldiphénylurée
 0,7 % en poids de sulfate de potassium
 Cette poudre est traitée ultérieurement avec jusqu'à 2 % en poids de phtalate de dibutyle.
3. 19 % en poids de nitrocellulose
 18,7 % en poids de nitroglycérine
 55 % en poids de nitroguanidine
 7,3 % en poids de diéthyldiphénylurée

Cett poudre est traité ultérieurement avec 0,3 % en poids de sulfate de potassium , qui possède une action antiflamme et qui étouffe la lueur de bouche.

5 Comme produit de départ, ou bien on prend une nitrocellulose avec dissolvant, contenant 30 % en poids d'alcool, par exemple de l'éthanol ou de l'isopropanol, ou bien on part d'une nitrocellulose hydratée dont on a déplacé l'eau par addition de quantités appropriées d'alcool . On mélange cette nitrocellulose par charges, jusqu'à avoir 10 une masse brute de poudre, dans un malaxeur-mélangeur M avec les autres constituants, en ajoutant de 10 à 25 % en poids, de préférence 15 à 20 % en poids d'un solvant très volatil, comme par exemple l'acétone, l'éther ou l'acétate d'éthyle. Dans le malaxeur-mélangeur M sont fixées sur 15 chacun des deux arbres parallèles deux palettes courbes, qui assurent un mélange intensif des constituants . On met ensuite directement le prémélange ainsi obtenu dans un malaxeur à disques K travaillant en continu, dans lequel , sans utiliser la pression , à des températures allant jusqu'à 20 80°C, on obtient par expression éventuelle de l'eau et du solvant, une masse grumeleuse, qui est transformée en granulés dans l'extrudeuse S_1 à des températures de la zone de chauffage comprises entre 60° et 90°C, et ces granulés sont ensuite boudinés sur l'extrudeuse S_2 en forme finale 25 de la poudre.

En réalité il est aussi possible en principe de mélanger purement et simplement les constituants de la poudre pour charges propulsives dans le malaxeur-mélangeur M et après un séchage intermédiaire d'introduire directement 30 dans l'extrudeuse S_1 , où il faut 4 à 5 heures de mélangeage et où un temps de maturation durant plusieurs jours est indispensable pour pouvoir ensuite boudiner avec l'extrudeuse S_2 , le granulé formé avec l'extrudeuse S_1 , en forme finale de la poudre. Il est plus avantageux en tous cas de mélanger 35 les constituants seulement dans le malaxeur-mélangeur M et ensuite de plastifier pendant environ trois fois 5 minutes dans le malaxeur à disques, pour pouvoir réaliser un presage plus facile et surtout continu d la masse de poudre aussi bien dans l'extrudeuse S_1 que dans l'extrudeuse S_2 .

Eventuellement il peut étre approprié d'introduire dans la plastification dans l malaxeur à disques un temps de maturation de la masse d'environ 24 heures pour améliorer ultérieurement les deux processus d'extrusion en continu.

5 En réalisant le procédé selon la présente invention on peut aussi fabriquer ainsi en continu des poudres pour charges propulsives dans la forme finale désirée de la poudre, à partir de masses brutes avec dissolvant, ce qui est extraordinairement surprenant pour l'homme de l'art, car les solvants auraient bien pu déclencher une inflammation, lors de l'extrusion de la masse de poudre dans l'extrudeuse ou bien les solvants auraient pu s'échapper de manière incontrôlée de l'extrudeuse, ce qui modifierait les propriétés des bâtons de poudre de manière indésirée et surtout de manière incontrôlable. En outre, il est surprenant que l'on puisse aussi travailler dans l'extrudeuse sans difficulté des masses de poudre comportant des fractions très élevées de produit solide cristallisé riche en énergie, donc de nitroguanidine, qui peut étre totalement ou en partie remplacée par du nitropenta (nitropentaérytrite) et/ou de l'hexogène (cyclotriméthylènetrinitramine), de l'ordre de grandeur de 50 à 60 % en poids, quand on travaille dans les conditions du procédé selon la présente invention.

10

15

20

R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de fabrication de poudres pour charges propulsives à partir de mélanges avec dissolvant, à base de nitrocellulose ou bien de nitrocellulose et de dinitrate de diéthyléneglycol ou de nitroglycérine ainsi que de nitroguanidine, qui peut être totalement ou partiellement remplacée par du nitropenta et/ou de l'hexogène, et d'autres produits d'addition, ce procédé étant caractérisé par le fait qu'on mélange d'abord la masse brute avec dissolvant ou éventuellement hydratée à base de nitrocellulose avec les autres constituants de la poudre pour charge propulsive ; qu'ensuite, si nécessaire, on sèche d'abord la masse puis on incorpore le solvant, et on homogénéise et préplastifie dans un dispositif de malaxage travaillant en continu le pré-mélange des constituants contenant le solvant ou bien on homogénéise et préplastifie d'abord le pré-mélange des constituants hydratés dans un dispositif de malaxage travaillant en continu, et ensuite seulement on déhydrate la masse par séchage et on ajoute le solvant, puis qu'on plastifie dans une extrudeuse travaillant en continu la masse contenant le solvant et la transforme en granulés, et qu'on procède ensuite à l'extrusion de ce granulé dans une extrudeuse travaillant en continu sous la forme finale de la poudre, puis on évapore le solvant.
- 25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on utilise comme dispositif de malaxage travaillant en continu un malaxeur à disques.
- 30 3. Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé par le fait qu'on opère dans le dispositif de malaxage, sans utiliser la pression, à des températures allant jusqu'à 80°C.
- 35 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait qu'on préplastifie le pré-mélange trois fois 5 minutes dans le dispositif de malaxage.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait qu'en laisse mijir environ 24 heures la masse de poudre après la préplastification dans le dispositif de malaxage et qu'ensuite

seulement on procède à son extrusion.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'on prépare un prémélange pour une poudre pour charges propulsives à une base et qu'on transforme ce prémélange.

5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'on prépare un prémélange pour une poudre pour charges propulsives à trois bases avec jusqu'à 5 % en poids de nitroguanidine et qu'on transforme ce prémélange.

10 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'on prépare un prémélange pour une poudre pour charges propulsives à trois bases avec 50 à 60 % en poids de nitroguanidine et qu'on transforme ce mélange.

15 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 caractérisé par le fait qu'on utilise une nitrocellulose avec dissolvant, qui contient 30 % en poids d'alcool.

20 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait qu'on mélange d'abord la nitrocellulose avec dissolvant avec les autres constituants en ajoutant 10 à 25 % en poids, de préférence 15 à 20 % en poids, d'un solvant très volatil, en particulier l'acétone.

25 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait qu'on utilise une masse brute de poudre hydratée, qu'on en élimine l'eau par séchage et qu'on ajoute à la masse un solvant très volatil, de préférence l'acétone.

PL.UNIQUE

2295932

